

ICS 73.040

D 23

备案号: 37481-2013

DB15

内蒙古自治区地方标准

DB 15/ T 546—2013

飞灰和炉渣可燃物测定方法

Test method for combustible matter in fly ash and cinder from coal

2013-5-15 发布

2013-7-15 实施

内蒙古自治区质量技术监督局 发布

目 次

前言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 提样和制样方法 1

 3.1 提样方法 1

 3.2 制样方法 1

4 测试方法 1

 4.1 方法A..... 1

 4.2 方法B..... 2

 4.3 方法C..... 2

 4.4 方法D..... 3

5 测定结果精密度 4

前 言

本标准按照 GB/T1.1-2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》编制。

本标准由内蒙古自治区锅炉压力容器检验研究院提出。

本标准起草单位：内蒙古自治区锅炉压力容器检验研究院。

本标准主要起草人：苏娅、韩继鹏、丁顺利、尚莲枝。

飞灰和炉渣可燃物测定方法

1 范围

本标准规定了所有燃煤锅炉飞灰和炉渣中可燃物含量的测定方法。

测试时,首先用方法 A 测试,当焙烧失重量 $\geq 20\%$,则将此作为所测煤灰(渣)样品的可燃物含量。若焙烧失重量 $< 20\%$,则需要进一步选择以下 B、C、D 方法之一,测定其残碳量。当测试样品提取于循环流化床锅炉或者电站锅炉时,可直接选择方法 B、C、D 之一。其中方法 A 为仲裁法。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 212 煤的工业分析方法

GB/T 218 煤中碳酸盐二氧化碳含量的测定方法

GB 474 煤样的制备方法

GB 475 商品煤样人工采取方法

GB/T 3715 煤质及煤分析有关术语

GB/T 10180 工业锅炉热工性能试验规程

DL/T 567.3 火力发电厂燃料试验方法—飞灰和炉渣样品的采集

DL/T 567.4 火力发电厂燃料试验方法—入炉煤、入炉煤粉、飞灰和炉渣样品的制备

3 提样和制样方法

3.1 提样方法

按 GB/T 10180.11 或者 DL/T 567.3 规定采集飞灰或炉渣样品。

3.2 制样方法

按 DL/T 567.4 规定制备出粒度小于 0.2mm 的灰渣样品。

4 测试方法

4.1 方法 A

4.1.1 方法提要

将试样放入干燥箱中,在 130°C 、空气气氛下干燥处理 3h,放入干燥器中冷却至室温。称取一定质量上述干燥的煤灰(渣)样品放入高温焙烧炉中,空气气氛下、 $950^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ 焙烧 1h 后,干燥冷却至室温,称重,计算烧失量。

4.1.2 仪器设备

箱形电炉:能保持温度为 $950^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ 。炉膛至少有体积大于 $200\text{mm} \times 100\text{mm} \times 100\text{mm}$ 的足够的恒温区;炉后壁的上部带有直径为 $25\text{mm} \sim 30\text{mm}$ 的烟囱,下部离炉膛底盘 $20\text{mm} \sim 30\text{mm}$ 处有一个插热电偶的小孔,炉门上有一个直径为 20mm 的通气孔。

分析天平:感量 0.0001g 。

瓷灰皿:长方形,长 45mm ,宽 22mm ,高 14mm 。

4.1.3 分析步骤

除将 $815^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ 修改为 $950^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ 外,其他按 GB/T 212 中 4.1 缓慢灰化法步骤测定灰、渣的空气干燥基灰分 A_{ad} 。

根据 GB/T 212 中 3.2 方法 B 测试空气干燥基水分 M_{ad} 。

4.1.4 结果计算

$$CM_{\text{ad}} = 100 - A_{\text{ad}} - M_{\text{ad}} \dots\dots\dots (1)$$

式中: CM_{ad} ——空气干燥基灰渣样的可燃物含量, %。

A_{ad} ——空气干燥基灰渣样的灰分含量, %。

M_{ad} ——空气干燥基灰渣样的水分含量, %。

4.2 方法 B

4.2.1 方法提要

在管式电炉中,首先通入氮气,经过吹扫管路,形成惰性气氛,放入试样,升温到 $950^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$,恒温,冷却至室温,得烧失重 A_2 ,再送入空气气氛下的炉管中,升温到 $950^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$,恒温,冷却至室温,得烧失重 A_3 ,计算。

4.2.2 仪器设备

管式电炉:管式电炉炉管直径不小于 50mm ,长度不小于 500mm ,其中恒温区不小于 100mm 且能保持温度为 $950^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ 。炉管前后分别装有直径为 5mm 的气体进、出口密封法兰。满足 $50^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的升温速度。

分析天平:感量 0.0001g 。

瓷灰皿:长方形,长 45mm ,宽 22mm ,高 14mm 。

4.2.3 分析步骤

在预先灼烧至质量恒定的灰皿中称取粒度小于 0.2mm 的一般分析试样 $1.0000 \pm 0.1000\text{g}$ (A_1),称准至 0.0002g ,均匀地摊平在灰皿中,使其每平方厘米的质量不超过 0.15g 。将灰皿送入管式电炉恒温区,打开前后密封法兰,在前法兰以 $0.25 \pm 0.01\text{MPa}$, $800\text{mL}/\text{min}$ 通入氮气吹扫 5 分钟后,开始以 $20^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温至 $130^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 恒温 1h,再以 $30^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温至 $950^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$,保持氮气气氛,在此温度下恒温 1h,冷却到 180°C 以下,取出灰皿,移入干燥器中,空气气氛下继续冷却至室温。称量失重为

A₂。再将该试样送入管式电炉恒温区，以 0.25 ± 0.01MPa, 800mL/min 通入空气，以 30℃/min 升温至 950 ± 10℃，在此温度下恒温 1h，冷却到 180℃以下，放在耐热瓷板或石棉板上，在空气中冷却 5min 左右，移入干燥器中冷却至室温（约 20min）后称量失重为 A₃。其中 A₂ 和 A₃ 失重量均是以 A₁ 为起始重量。

4.2.4 结果计算

$$CM_{ad} = \frac{A_3 - A_2}{A_1} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

4.3 方法 C

4.3.1 方法提要

利用 4.1 计算试样的空气干燥基灰分 A_{ad} 和空气干燥基水分 M_{ad}。再利用 GB/T 218 测试试样中的碳酸盐二氧化碳含量 (CO₂)_{car.ad}，计算。

4.3.2 仪器设备

见 4.1.2 及 GB/T 218 的规定。

4.3.3 分析步骤

按 4.1.3 计算灰渣的可燃物含量 CM_{ad}。

按 GB/T 218 测定灰、渣中碳酸盐二氧化碳含量 (CO₂)_{car.ad}。

4.3.4 结果计算

$$CM_{ad} = 100 - A_{ad} - M_{ad} - (CO_2)_{car.ad}, \% \dots\dots\dots (3)$$

式中：CM_{ad}——空气干燥基灰渣样的可燃物含量，%。

A_{ad}——空气干燥基灰渣样的灰分含量，%。

M_{ad}——空气干燥基灰渣样的水分含量，%。

(CO₂)_{car.ad}——空气干燥基二氧化碳含量，%。

4.4 方法 D

4.4.1 方法提要

用能在高温条件下称重的天平监测样品的重量变化，在 130℃ 的时候恒温 1h，失重变化小于 0.0002g 时继续升温，到 900℃ 恒温 20min 失重变化小于 0.0002g。

先用惰性气氛测试失重（碳酸盐的分解、氧化还原反应）得到可燃物含量百分比 A₁，切换氧气气氛，测试得失重百分比为 A₂，计算。

4.4.2 仪器设备

热重分析仪：要求装样量大于 1.0000g；感量 0.0001g。

气相色谱仪（GC）：至少配备能够分离二氧化碳色谱柱，检测精度不低于 2%。有条件的单位使用煤气色谱仪，检测精度不低于 2%。

分析天平：感量 0.0001g。

4.4.3 分析步骤

试验中，加分析试样 1.0000 ± 0.0010g 后，200mL/min 通入氮气，吹扫 5min，从室温开始，以 20℃/min 的速度加热到 130℃恒温 60min，继续加热到 900℃，恒温 20min，使样品中的水分、挥发分、矿物质分解；在通氮气过程中，联用色谱仪，检测二氧化碳等非可燃物含量，根据失重量积分得可燃物含量百分比 A_1 。然后保持 900℃ 的温度，停止通入氮气，800mL/min 通入空气 20min，使固定碳完全燃烧。测得剩余重量占初始加样重量的百分比为 A_2 。

4.4.4 结果计算

$$CM_{ad} = 100\% - A_2 + A_1 \dots\dots\dots (4)$$

5 测定结果精密度

飞灰和炉渣可燃物测定结果精密度如表1规定。

表 1 飞灰和炉渣可燃物测定结果精密度

方法	可燃物含量质量分数%	重复性限 $CM_{rel}/\%$	再现性临界差 $CM_d/\%$	方法	可燃物含量质量分数%	重复性限 $CM_{rel}/\%$	再现性临界差 $CM_d/\%$
A	<20.00	0.20	0.30	C	<10.00	0.20	0.30
	20.00~35.00	0.30	0.50		10.00~20.00	0.30	0.50
	>35.00	0.50	0.70		>20.00	0.30	0.50
B	<10.00	0.20	0.30	D	<10.00	0.10	0.20
	10.00~20.00	0.30	0.50		10.00~20.00	0.20	0.30
	>20.00	0.30	0.50		>20.00	0.30	0.50